

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 8月30日

出願番号

Application Number:

特願2002-252356

[ ST.10/C ]:

[ JP2002-252356 ]

出願人

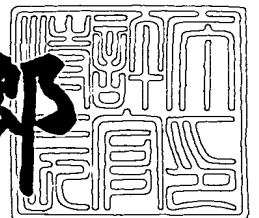
Applicant(s):

コニカ株式会社

2003年 5月 9日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3034721

【書類名】 特許願

【整理番号】 DKT2481557

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B41J 2/01

B41M 5/00

【発明者】

【住所又は居所】 東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会社内

【氏名】 仲島 厚志

【特許出願人】

【識別番号】 000001270

【氏名又は名称】 コニカ株式会社

【代表者】 岩居 文雄

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012265

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 オキセタン化合物及びこれを用いたインクジェットインクと画像形成方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 電子供与性基と電子吸引性基とを分子内に有し、かつ 2 位が置換されていることを特徴とするオキセタン化合物。

【請求項 2】 電子供与性基が 2 位、電子吸引性基が 4 位に置換されていることを特徴とする請求項 1 に記載のオキセタン化合物。

【請求項 3】 3 位に置換基を有することを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のオキセタン化合物。

【請求項 4】 オキセタン基を 2 つ以上有する多官能オキセタン化合物であることを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載のオキセタン化合物。

【請求項 5】 請求項 1 ～ 4 のいずれか 1 項に記載のオキセタン化合物と、光酸発生剤とを含有することを特徴とするインクジェットインク。

【請求項 6】 2 位に置換基を有さないオキセタン化合物を含有することを特徴とする請求項 5 に記載のインクジェットインク。

【請求項 7】 エポキシ化合物またはビニルエーテル化合物を含有することを特徴とする請求項 5 又は 6 に記載のインクジェットインク。

【請求項 8】 請求項 5 ～ 7 のいずれか 1 項に記載のインクジェットインクを用い、インクジェット記録方式により該インクジェットインクを基材面上へ噴射した後、活性エネルギー線を照射することでインクを硬化させることを特徴とする画像形成方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、オキセタン化合物及びこれを用いたインクジェットインクと画像形成方法に関し、詳しくは、カチオン重合性のオキセタン化合物を用い、反応性が高く高画質な画像を得ることのできる光硬化型のインクジェットインク及び画像形成方法に関する。

## 【 0 0 0 2 】

## 【従来の技術】

近年、インクジェット記録方式は簡便・安価に画像を作成出来るため、写真、各種印刷、マーキング、カラーフィルター等の特殊印刷など、様々な印刷分野に応用されてきている。特に、微細なドットを出射、制御する記録装置や、色再現域、耐久性、出射適性等を改善したインク及びインクの吸収性、色材の発色性、表面光沢などを飛躍的に向上させた専用紙を用い、銀塩写真に匹敵する画質を得ることも可能となっている。今日のインクジェット記録方式の画質向上は、記録装置、インク、専用紙の全てが揃って初めて達成されている。

## 【 0 0 0 3 】

しかしながら、専用紙を必要とするインクジェットシステムは、記録媒体が制限されること、記録媒体のコストアップが問題となる。そこで、専用紙と異なる被転写媒体へインクジェット方式により記録する試みが多数なされている。具体的には、室温で固形のワックスインクを用いる相変化インクジェット方式、速乾性の有機溶剤を主体としたインクを用いる溶剤系インクジェット方式や、記録後紫外線（UV）光により架橋させるUVインクジェット方式などである。

## 【 0 0 0 4 】

中でも、UVインクジェット方式は、溶剤系インクジェット方式に比べ比較的臭気であり、速乾性、インク吸収性の無い記録媒体への記録が出来る点で、近年注目されつつあり、例えば、特公平5-54667号、特開平6-200204号、特表2000-504778において、紫外線硬化型インクジェットインクが開示されている。

## 【 0 0 0 5 】

UVインクとしては、主にラジカル重合型、カチオン重合型が知られている。

紫外線硬化型インクジェット記録方式においては、画質、即ち着弾ドット径は、着弾後の光照射タイミング、光照射照度、エネルギー、インク液滴サイズ、インクの感度、表面エネルギー、粘度、基材の濡れ性、着弾配列、誤差拡散パターンなどの因子により制御される。特に、画質を大きく左右する要因としては、インクの感度、粘度、表張、基材濡れ性と露光条件である。この中でも、インク感

度は、ラジカル重合系の場合は酸素による重合阻害の影響を受けるためインク膜厚や露光照度に大きく依存し、カチオン重合系においては温度と湿度に大きく依存する。

【 0 0 0 6 】

ラジカル重合型紫外線硬化インクにおいては、酸素による重合阻害を改善するためには、酸素阻害を受けないモノマー、開始剤、開始助剤の工夫や、窒素などの不活性化ガスによりパージする方法等が知られている。

【 0 0 0 7 】

カチオン重合型紫外線硬化インクにおいては、湿度依存の影響を改善するためには、特開 2 0 0 2 - 1 3 7 3 7 5 のように、着弾したインクを加熱する方法が知られている。

【 0 0 0 8 】

カチオン重合型紫外線硬化インクで用いられるカチオン重合性のモノマーとしては、オキシラン環を持つエポキシ化合物、オキセタン化合物、ビニルエーテル化合物が知られている。

【 0 0 0 9 】

特に、エポキシ化合物とオキセタン化合物とを共に用いることにより、重合速度を顕著に増加させることが知られている。例えば、東亜合成研究年報 T R E N D 2 号（1 9 9 9 年）、「オキセタン化合物の光カチオン硬化システムへの応用」、特許公報第 2 6 7 9 5 8 6 号等に記載されている。特に、オキセタン化合物は、良好な耐熱性、接着性、耐薬品性を有することから、反応性を高めるエポキシ化合物との併用は有用である。

【 0 0 1 0 】

この技術の応用例として、特開 2 0 0 1 - 2 2 0 5 2 6 では紫外線硬化型のインクジェットに用いることが開示されている。紫外線によりインクを硬化する紫外線硬化型インクジェット記録方式は、インク吸収性の乏しい基材に対しても画像形成する方法として、近年注目を集めている。

【 0 0 1 1 】

一般的には、紫外線硬化型のインクとしては、ラジカル重合型インクのものが

良く知られ、実用化されている。一方、カチオン重合型のインクは、ラジカル重合型インクに見られるような酸素による重合阻害が無く、低照度の光源を用いることができること、アクリルモノマーが持つ臭気も無いこと、素材が低刺激性であることなど有利な点があるが、未だ実用化に至っていない。

#### 【 0 0 1 2 】

その一因としては、高温下で著しく感度低下する性質、温度により感度が依存する性質が挙げられる。環境依存性のあるインクは、その画質が環境に依存するという本質的な課題を有する。

#### 【 0 0 1 3 】

特開 2 0 0 2 - 1 3 7 3 7 5 では、カチオン重合系のインクを用い、着弾したインクを加熱して光照射する方法が開示されている。しかしながら、加熱機構はプリンターコスト、熱に弱い基材などの適用の観点で好ましいものとは言えない。また、特開 2 0 0 1 - 1 8 1 3 8 6 では、オキセタン化合物と併用し、反応速度を向上させる化合物として、2 - ( 4 - メトキシフェニル ) - 3 , 3 - ジメチルオキセタンが開示されている。この化合物は、ジ [ 1 - エチル ( 3 - オキセタニル ) ] メチルエーテルなどのオキセタン化合物と脂環式エポキシ化合物との併用において、脂環式エポキシ化合物を代替できる程度の反応性がある。しかしながら、蛍光灯のような低照度光源を用いる場合においては、高温環境における感度レベルはまだ十分なものとは言えなかった。

#### 【 0 0 1 4 】

##### 【 発明が解決しようとする課題 】

本発明は、上記課題に鑑みてなされたものであり、その目的は、低照度の光源でも環境湿度に影響を受けずにインク硬化性、基材密着性に優れ、滲みのない高品位の画像を得られるオキセタン化合物と、高画質な画像が得られるインクジェットインク及びこのインクジェットインクを用いた画像形成方法を提供することにある。

#### 【 0 0 1 5 】

##### 【 課題を解決するための手段 】

本発明の上記目的は、下記の構成により達成される。

【 0 0 1 6 】

1. 電子供与性基と電子吸引性基とを分子内に有し、かつ2位が置換されていることを特徴とするオキセタン化合物。

【 0 0 1 7 】

2. 電子供与性基が2位、電子吸引性基が4位に置換されていることを特徴とする前記1項に記載のオキセタン化合物。

【 0 0 1 8 】

3. 3位に置換基を有することを特徴とする前記1又は2項に記載のオキセタン化合物。

【 0 0 1 9 】

4. オキセタン基を2つ以上有する多官能オキセタン化合物であることを特徴とする前記1～3項のいずれか1項に記載のオキセタン化合物。

【 0 0 2 0 】

5. 前記1～4項のいずれか1項に記載のオキセタン化合物と、光酸発生剤とを含有することを特徴とするインクジェットインク。

【 0 0 2 1 】

6. 2位に置換基を有さないオキセタン化合物を含有することを特徴とする前記5項に記載のインクジェットインク。

【 0 0 2 2 】

7. エポキシ化合物またはビニルエーテル化合物を含有することを特徴とする前記5又は6項に記載のインクジェットインク。

【 0 0 2 3 】

8. 前記5～7項のいずれか1項に記載のインクジェットインクを用い、インクジェット記録方式により該インクジェットインクを基材面上へ噴射した後、活性エネルギー線を照射することでインクを硬化させることを特徴とする画像形成方法。

【 0 0 2 4 】

本発明者は、上記課題に鑑みて鋭意検討を行った結果、オキセタン化合物として、分子構造内に電子供与性基と電子吸引性基とを有し、かつ2位が置換されて

いることを特徴とし、該オキセタン化合物をインクジェットインクに用いることにより、低照度の光源でも環境湿度に影響を受けずに硬化可能となり、高画質な画像が得られることを見いだし、本発明に至った次第である。

## 【 0 0 2 5 】

更に、本発明のオキセタン化合物としては、電子供与性基が2位、電子吸引性基が4位に置換されていること、3位に置換基を有すること、オキセタン基を2つ以上有する多官能オキセタン化合物であることにより、本発明の効果をより一層発揮することができる。

## 【 0 0 2 6 】

本発明においては、オキセタン化合物の2位に電子供与性基を置換することで、オキセタン環のO-C距離が伸び、反応性が高くなる。また、4位に電子吸引性基を置換することで、オキセタン構造を2位側と4位側とで非対称となるように歪ませることにより、より反応性の高い構造を持たせることが可能となった。

## 【 0 0 2 7 】

また、オキセタン化合物の3位に置換基を持たせることで、インク組成物として用いる場合に、その他の化合物との相溶性を向上させることができ、多官能構造を取ることで、安全性、疎水性、粘度、表面張力、その他の物性などを適宜設計することが可能となった。

## 【 0 0 2 8 】

また、多官能化することで、反応速度の向上、硬化膜物性の向上を図ることが可能となった。

## 【 0 0 2 9 】

また、本発明のインクジェットインクにおいては、本発明のオキセタン化合物と共に、2位に置換基のないオキセタン化合物と併用することで、インクジェットインクとして好ましい低粘度を得ると共に、反応性の向上、硬化膜強度の強化が可能となった。また、エポキシ化合物またはビニルエーテル化合物は、その他の併用可能なカチオン重合性モノマーであり、これらの併用により、適宜膜物性、基材への密着性、インク物性を調整することが可能となった。

## 【 0 0 3 0 】



以下、本発明の詳細について説明する。

本発明のオキセタン化合物は、分子構造内に電子供与性基と電子吸引性基とを有し、かつ2位が置換されていることを特徴とし、電子供与性基が2位、電子吸引性基が4位に置換されていること、3位に置換基を有すること、オキセタン基を2つ以上有する多官能オキセタン化合物であることが好ましい。

#### 【0031】

本発明のオキセタン化合物において、電子供与性基とはハメットの置換基定数 $\sigma_p$ が負の値を取る置換基のことであり、例えば、 $-NH_3$ あるいはアルキル(R)置換された $-NR_3$ 、 $-OH$ 、 $-OCH_3$ または炭素数2以上のアルキル基からなるアルコキシ基、 $-NHCOCH_3$ またはアルキル(R)置換された $-NRCOCR_3$ 、 $-C_6H_5$ または特開2001-181386に記載されているような置換型の $-C_6H_5$ 、 $-CH_3$ 基または炭素数2以上のアルキル基、またはシクロヘキシル基などの環状アルキル基などが挙げられ、この中でも塩基性のN原子を有さない構造が好ましい。塩基性のN原子は、カチオン重合の活性種であるプロトン进行をクエンチし、感度低下の原因となる。

#### 【0032】

一方、電子吸引性基とはハメットの置換基定数 $\sigma_p$ が正の値を取る置換基のことであり、電子吸引性基の具体例としては、 $-N(CH_3)_3^+$ 、 $-NO_2$ 、 $-CN$ 、 $-SO_3H$ 、 $-COOH$ 、 $-CHO$ 、 $-COR$ 、 $-X$ (ハロゲン)、 $-CX_3$ または炭素数2以上のハロゲン化アルキル基が挙げられ、中でも $-COR$ 、 $-X$ 、ハロゲン化アルキル基が好ましい。

#### 【0033】

これらの電子供与性基と電子吸引性基を2位、4位に置換した場合のオキセタン反応性は、分子計算によってある程度予想することが可能である。例えば、富士通製のMopac3.0などを用いて分子計算を行い、オキセタンのO原子にプロトンが付加させた場合のO-C結合距離が大きくなるほど反応性が高いことになる。

#### 【0034】

2位、または4位に置換したオキセタン化合物の合成は、以下に文献に記載の

方法に準じて、行うことができる。

【0035】

A: Hu Xianming, Richard M. Kellogg, Synthesis, 533~538, May (1995)

B: A. O. Fitton, J. Hill, D. Ejane, R. Miller, Synth., 12, 1140 (1987)

C: Toshiro Imai and Shinya Nishida, Can. J. Chem. Vol. 59, 2503~2509 (1981)

D: Nobujiro Shimizu, Shintaro Yamaoka and Yuho Tsuno, Bull. Chem. Soc. Jpn., 56, 3853~3854 (1983)

E: Walter Fisher and Cyril A. Grob, Helv. Chim. Acta., 61, 2336 (1978)

F: Chem. Ber. 101, 1850 (1968)

G: "Heterocyclic Compounds with Three- and Four-membered Rings", Part Two, Chapter IX, Interscience Publishers, John Wiley & Sons, New York (1964)

H: Bull. Chem. Soc. Jpn., 61, 1653 (1988)

I: Pure Appl. Chem., A29 (10), 915 (1992)

J: Pure Appl. Chem., A30 (2&3), 189 (1993)

K: 特開平6-16804号公報

L: ドイツ特許第1,021,858号

前記文献に従って、例示化合物の合成例を以下に示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0036】

〔合成例1〕

例示化合物1: 3, 3, 4, 4-tetramethyl-2, 2-diph

enyloxetaneの合成

Benzophenoneと2,3-Dimethyl-but-2-eneのベンゼン溶液をアルゴンガスを封入したパイレックス(R)製の光化学反応装置に入れ、攪拌下、高圧水銀灯を用いて紫外線を12時間照射した。次いで、溶媒を除去した後、真空蒸留を行い、目的の化合物を得た。

【0037】

〔合成例2〕

例示化合物2: 3-(2-Ethyl-hexyloxymethyl)-2,2,3,4-tetramethyl-oxetaneの合成

(2,2,3,4-Tetramethyl-oxetan-3-yl)-methanolの1-bromo-2-ethylhexyl溶液と水酸化カリウムの水溶液を攪拌しながら、tetra-n-butylammonium bromideを滴下し、24時間後、メチレンクロライドと水を加えた。次いで、有機相を水で洗い、無水硫酸マグネシウムで脱水し、ろ過、溶媒除去を行った後、真空蒸留を行って目的の化合物を得た。

【0038】

〔合成例3〕

例示化合物3: 2-(2-Ethyl-hexyloxy)-2,3,3,4,4-pentamethyl-oxetaneの合成

2,3,3,4,4-Pentamethyl-oxetan-2-olの1-bromo-2-ethylhexyl溶液と水酸化カリウムの水溶液を攪拌しながら、tetra-n-butylammonium bromideを滴下し、24時間後、メチレンクロライドと水を加えた。次いで、有機相を水で洗い、無水硫酸マグネシウムで脱水後、ろ過、溶媒除去を行った後、真空蒸留を行って目的の化合物を得た。

【0039】

〔合成例4〕

例示化合物4: 4,4'-bis[(2,4-dimethyl-3-ethyl-3-oxetanyl)methoxy]biphenylの合成

3-Chloromethyl-3-ethyl-2,4-dimethyl-oxetane、4,4'-biphenolおよびtetra-butyl phosphonium bromideを80℃で加熱攪拌した。これに、水酸化カリウム水溶液を滴下し、還流するまで約110℃に昇温し、還流下で8時間反応を続けた。反応終了後、反応混合物を室温まで冷却して、純水を添加し、よく攪拌した後、析出物を濾別した。この析出物を水で洗浄し、続いてメタノールで洗浄した。次いで、減圧乾燥器で乾燥して目的の化合物を得た。

## 【0040】

## 〔合成例5〕

例示化合物5：1,7-bis(2,3,3,4,4-pentamethyl-oxetanyl)heptaneの合成

2,12-Diethyl-2,12-dimethyl-tridecane-1,3,11,13-tetraol、炭酸ジエチルおよび炭酸カリウムの混合物を、120℃を下回る温度になるまで還流した。混合物を80～82℃に保持したまま、真空蒸留して目的の化合物を得た。

## 【0041】

## 〔合成例6〕

例示化合物6：Oxetanyl Silsesquioxanesの合成  
イソプロピルアルコール、水酸化テトラメチルアンモニウムの水溶液、水を仕込んだ後、下記オキセタン化合物を徐々に加え、室温で24時間攪拌放置した。反応終了後、系内にトルエンを加え、分液ロートを用いて反応溶液を飽和食塩水により水洗した。分液ロートの水層が中性になるまで水洗を繰り返した後、有機層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水した後、減圧下でトルエンを留去させることで目的の化合物を得た。

## 【0042】

なお、上記で記載した各合成例は、2位または4位に電子供与性基を置換した化合物の例であり、後述する2位または4位に置換基を有さないオキセタン化合物に対し、反抗性が高く有用である。

## 【0043】

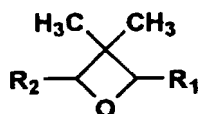
本発明では、上記の 2 位に電子供与性基を有するオキセタン化合物に、更に 4 位に電子吸引性基を有するオキセタン化合物が好ましい。電子吸引性基にて置換したオキセタン化合物は、上記と同様の方法で合成することができる。


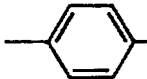
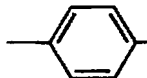
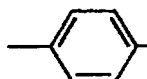
【 0 0 4 4 】

以下に、2 位に電子供与性基を、また 4 位に電子吸引性基を有するオキセタン化合物の具体例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【 0 0 4 5 】

【化 1】



	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>
例示化合物7	—OCH <sub>3</sub>	CF <sub>3</sub>
例示化合物8	—O— 	CF <sub>3</sub>
例示化合物9	 —OCH <sub>3</sub>	CF <sub>3</sub>
例示化合物10	—CH <sub>3</sub>	CF <sub>3</sub>
例示化合物11	 —OCH <sub>3</sub>	CF <sub>2</sub> H
例示化合物12	 —OCH <sub>3</sub>	CFH <sub>2</sub>

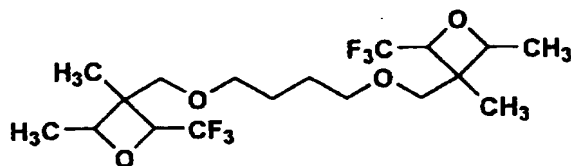
【 0 0 4 6 】

また、分子内に 2 個以上のオキセタン基を有する化合物としては、上記化合物の 3 位を介して、多官能化しても良いし、あるいは 2 位または 4 位を介して多官能化しても良い。分子内に 2 個以上のオキセタン基を有する化合物の具体例を以下に示すが、本発明はこれにのみ限定されるものではない。

【 0 0 4 7 】

【化 2】

例示化合物13



【0048】

本発明のオキセタン化合物においては、3位に置換基を有することが好ましい。また、本発明に係る多官能オキセタン化合物の合成は、前記文献H～Lに記載の事項に従って行って得ることができる。また、後述の例示化合物8～13、一般式(7)～(9)に記載の方法と同様にして、多官能化することにより、得ることもできる。

【0049】

本発明のインクジェットインクにおいては、本発明の電子供与性基と電子吸引性基とを分子内に有し、かつ2位が置換されているオキセタン化合物と共に、2位が置換されていないオキセタン化合物と併用することで、飛躍的な感度向上効果が得られ、高温環境においても十分な硬化感度を得ることができ好ましい。

【0050】

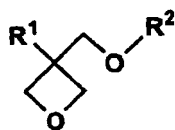
以下、2位が置換されていないオキセタン化合物について説明する。

2位が置換されていないオキセタン化合物の一例としては、下記一般式(1)で示される化合物が挙げられる。

【0051】

【化 3】

一般式(1)



【0 0 5 2】

一般式(1)において、 $R^1$ は水素原子やメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素数1～6のアルキル基、炭素数1～6のフルオロアルキル基、アリル基、アリール基、フリル基またはチエニル基である。 $R^2$ は、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素数1～6個のアルキル基、1-プロペニル基、2-プロペニル基、2-メチル-1-プロペニル基、2-メチル-2-プロペニル基、1-ブテニル基、2-ブテニル基、3-ブテニル基等の炭素数2～6個のアルケニル基、フェニル基、ベンジル基、フルオロベンジル基、メトキシベンジル基、フェノキシエチル基等の芳香環を有する基、エチルカルボニル基、プロピルカルボニル基、ブチルカルボニル基等の炭素数2～6個のアルキルカルボニル基、エトキシカルボニル基、プロポキシカルボニル基、ブトキシカルボニル基等の炭素数2～6個のアルコキシカルボニル基、またはエチルカルバモイル基、プロピルカルバモイル基、ブチルカルバモイル基、ペンチルカルバモイル基等の炭素数2～6個のN-アルキルカルバモイル基等である。本発明で使用するオキセタン化合物としては、1個のオキセタン環を有する化合物を使用することが、得られる組成物が粘着性に優れ、低粘度で作業性に優れるため、特に好ましい。

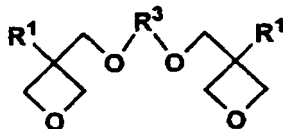
【0 0 5 3】

2個のオキセタン環を有する化合物の一例としては、下記一般式(2)で示される化合物等が挙げられる。

【0 0 5 4】

## 【化 4】

## 一般式(2)



## 【0055】

一般式(2)において、 $R^1$ は、上記一般式(1)におけるそれと同様の基である。 $R^3$ は、例えば、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基等の線状または分枝状アルキレン基、ポリ(エチレンオキシ)基、ポリ(プロピレンオキシ)基等の線状または分枝状ポリ(アルキレンオキシ)基、プロペニレン基、メチルプロペニレン基、ブテニレン基等の線状または分枝状不飽和炭化水素基、またはカルボニル基またはカルボニル基を含むアルキレン基、カルボキシル基を含むアルキレン基、カルバモイル基を含むアルキレン基等である。

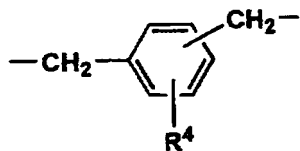
## 【0056】

また、 $R^3$ としては、下記一般式(3)、(4)及び(5)で示される基から選択される多価基も挙げることができる。

## 【0057】

## 【化 5】

## 一般式(3)



## 【0058】

一般式(3)において、 $R^4$ は、水素原子やメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素数1～4個のアルキル基、メトキシ基、エトキシ基、プロポ

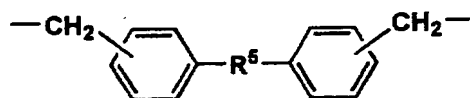


キシ基、ブトキシ基等の炭素数1～4個のアルコキシ基、塩素原子、臭素原子等のハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、メルカプト基、低級アルキルカルボキシ基、カルボキシ基、またはカルバモイル基である。

【0059】

【化6】

一般式(4)



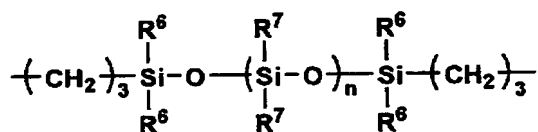
【0060】

一般式(4)において、 $R^5$ は、酸素原子、硫黄原子、メチレン基、NH、SO、 $SO_2$ 、 $C(CF_3)_2$ 、又は $C(CH_3)_2$ を表す。

【0061】

【化7】

一般式(5)



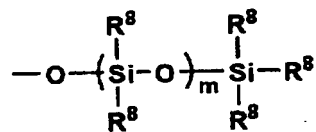
【0062】

一般式(5)において、 $R^6$ は、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素数1～4個のアルキル基、またはアリール基である。 $n$ は0～2000の整数である。 $R^7$ はメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基の炭素数1～4個のアルキル基、またはアリール基である。 $R^7$ としては、更に、下記一般式(6)で示される基から選択される基も挙げることができる。

【0063】

【化 8】

一般式(6)



【 0 0 6 4 】

一般式(6)において、 $R^8$ は、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素数1～4個のアルキル基、またはアリール基である。 $m$ は0～100の整数である。

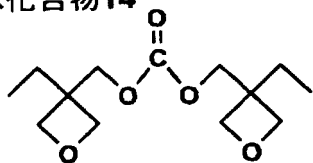
【 0 0 6 5 】

2個のオキセタン環を有する化合物の具体例としては、下記化合物が挙げられる。

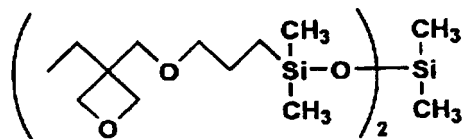
【 0 0 6 6 】

【化 9】

例示化合物14



例示化合物15



【 0 0 6 7 】

例示化合物 8 は、前記一般式(2)において、 $R^1$ がエチル基、 $R^3$ がカルボキ

シル基である化合物である。また、例示化合物 9 は、前記一般式 (2) において、 $R^1$  がエチル基、 $R^3$  が前記一般式 (5) で  $R^6$  及び  $R^7$  がメチル基、 $n$  が 1 である化合物である。

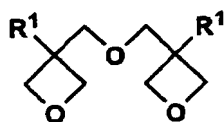
【0068】

2 個のオキセタン環を有する化合物において、上記の化合物以外の好ましい例としては、下記一般式 (7) で示される化合物がある。一般式 (7) において、 $R^1$  は、前記一般式 (1) の  $R^1$  と同義である。

【0069】

【化 1 0】

一般式(7)



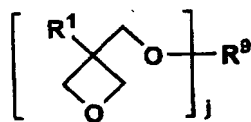
【0070】

また、3～4 個のオキセタン環を有する化合物の一例としては、下記一般式 (8) で示される化合物が挙げられる。

【0071】

【化 1 1】

一般式(8)



【0072】

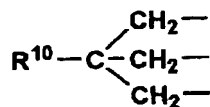
一般式 (8) において、 $R^1$  は、前記一般式 (1) における  $R^1$  と同義である。 $R^9$  としては、例えば、下記 A～C で示される基等の炭素数 1～12 の分枝状アルキレン基、下記 D で示される基等の分枝状ポリ(アルキレンオキシ)基又は下記 E で示される基等の分枝状ポリシロキシ基等が挙げられる。 $j$  は、3 又は 4 で

ある。

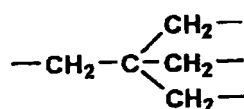
【0073】

【化12】

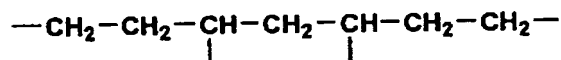
A



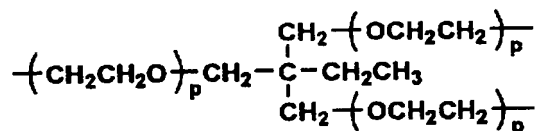
B



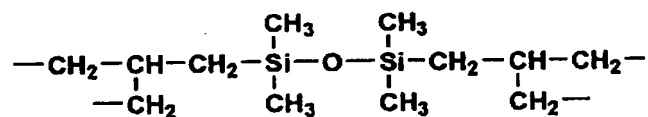
C



D



E



【0074】

上記Aにおいて、 $\text{R}^{10}$ はメチル基、エチル基又はプロピル基等の低級アルキル基である。また、上記Dにおいて、 $p$ は1～10の整数である。

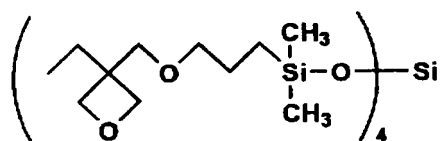
【0075】

3～4個のオキセタン環を有する化合物の一例としては、例示化合物10が挙げられる。

【0076】

【化 13】

例示化合物16



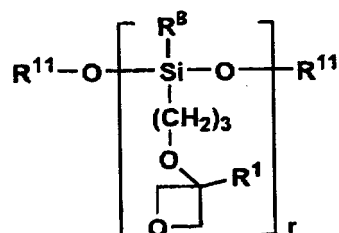
【0077】

さらに、上記説明した以外の1～4個のオキセタン環を有する化合物の例としては、下記一般式(9)で示される化合物が挙げられる。

【0078】

【化 14】

一般式(9)



【0079】

一般式(9)において、 $R^8$ は前記一般式(6)の $R^8$ と同義である。 $R^{11}$ はメチル基、エチル基、プロピル基又はブチル基等の炭素数1～4のアルキル基又はトリアルキルシリル基であり、 $r$ は1～4である。

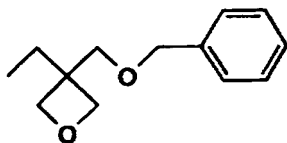
【0080】

本発明で使用するオキセタン化合物の好ましい具体例としては、以下に示す化合物がある。

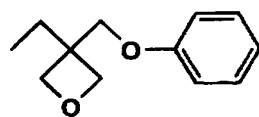
【0081】

【化 1 5】

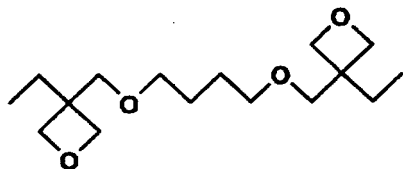
例示化合物17



例示化合物18



例示化合物19

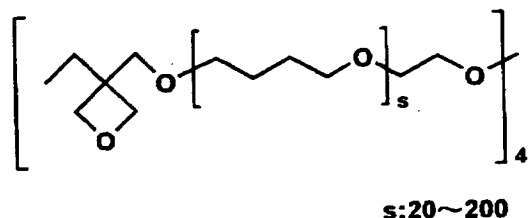
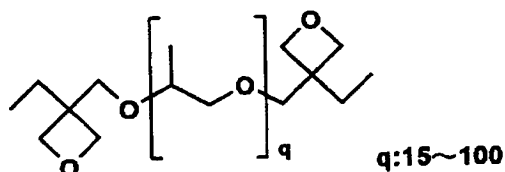
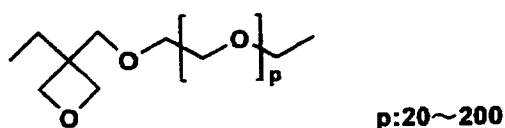


【0 0 8 2】

上述したオキセタン環を有する各化合物の製造方法は、特に限定されず、従来知られた方法に従えばよく、例えば、パティソン (D. B. Pattison, J. Am. Chem. Soc., 3455, 79 (1957)) が開示している、ジオールからのオキセタン環合成法等がある。また、これら以外にも、分子量 1000～5000 程度の高分子量を有する 1～4 個のオキセタン環を有する化合物も挙げられる。これらの具体的化合物例としては、以下の化合物が挙げられる。

【0 0 8 3】

【化 1 6】



【0 0 8 4】

また、本発明のインクジェットインクにおいては、本発明の電子供与性基と電子吸引性基とを分子内に有し、かつ2位が置換されているオキセタン化合物と共に、エポキシ化合物またはビニルエーテル化合物を含有することが好ましい。

【0 0 8 5】

エポキシ化合物において、芳香族エポキシドとして好ましいものは、少なくとも1個の芳香族核を有する多価フェノールあるいはそのアルキレンオキサイド付加体とエピクロルヒドリンとの反応によって製造されるジまたはポリグリシジルエーテルであり、例えばビスフェノールAあるいはそのアルキレンオキサイド付加体のジまたはポリグリシジルエーテル、水素添加ビスフェノールAあるいはそのアルキレンオキサイド付加体のジまたはポリグリシジルエーテル、ならびにノボラック型エポキシ樹脂等が挙げられる。ここでアルキレンオキサイドとしては、エチレンオキサイドおよびプロピレンオキサイド等が挙げられる。

【0 0 8 6】

脂環式エポキシドとしては、少なくとも1個のシクロヘキセンまたはシクロペンテン環等のシクロアルカン環を有する化合物を、過酸化水素、過酸等の適当な酸化剤でエポキシ化することによつて得られる、シクロヘキセンオキサイドまたはシクロペンテンオキサイド含有化合物が好ましい。

## 【 0 0 8 7 】

脂肪族エポキシドの好ましいものとしては、脂肪族多価アルコールあるいはそのアルキレンオキサイド付加体のジまたはポリグリシジルエーテル等があり、その代表例としては、エチレングリコールのジグリシジルエーテル、プロピレングリコールのジグリシジルエーテルまたは1, 6-ヘキサンジオールのジグリシジルエーテル等のアルキレングリコールのジグリシジルエーテル、グリセリンあるいはそのアルキレンオキサイド付加体のジまたはトリグリシジルエーテル等の多価アルコールのポリグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールあるいはそのアルキレンオキサイド付加体のジグリシジルエーテル、ポリプロピレングリコールあるいはそのアルキレンオキサイド付加体のジグリシジルエーテル等のポリアルキレングリコールのジグリシジルエーテル等が挙げられる。ここでアルキレンオキサイドとしては、エチレンオキサイドおよびプロピレンオキサイド等が挙げられる。

## 【 0 0 8 8 】

これらのエポキシドのうち、迅速な硬化性を考慮すると、芳香族エポキシドおよび脂環式エポキシドが好ましく、特に脂環式エポキシドが好ましい。本発明では、上記エポキシドの1種を単独で使用してもよいが、2種以上を適宜組み合わせ使用してもよい。

## 【 0 0 8 9 】

ビニルエーテル化合物としては、例えば、エチレングリコールジビニルエーテル、ジエチレングリコールジビニルエーテル、トリエチレングリコールジビニルエーテル、プロピレングリコールジビニルエーテル、ジプロピレングリコールジビニルエーテル、ブタンジオールジビニルエーテル、ヘキサンジオールジビニルエーテル、シクロヘキサンジメタノールジビニルエーテル、トリメチロールプロパントリビニルエーテル等のジ又はトリビニルエーテル化合物、エチルビニルエ



ーテル、*n*-ブチルビニルエーテル、イソブチルビニルエーテル、オクタデシルビニルエーテル、シクロヘキシルビニルエーテル、ヒドロキシブチルビニルエーテル、2-エチルヘキシルビニルエーテル、シクロヘキサンジメタノールモノビニルエーテル、*n*-プロピルビニルエーテル、イソプロピルビニルエーテル、イソプロペニルエーテル-*o*-プロピレンカーボネート、ドデシルビニルエーテル、ジエチレングリコールモノビニルエーテル、オクタデシルビニルエーテル等のモノビニルエーテル化合物等が挙げられる。

## 【0090】

これらのビニルエーテル化合物のうち、硬化性、密着性、表面硬度を考慮すると、ジ又はトリビニルエーテル化合物が好ましく、特にジビニルエーテル化合物が好ましい。本発明では、上記ビニルエーテル化合物の1種を単独で使用してもよいが、2種以上を適宜組み合わせ使用してもよい。

## 【0091】

本発明のインクジェットインクにおいては、本発明の電子供与性基と電子吸引性基とを分子内に有し、かつ2位が置換されているオキセタン化合物と共に、光酸発生剤を含有することが特徴である。

## 【0092】

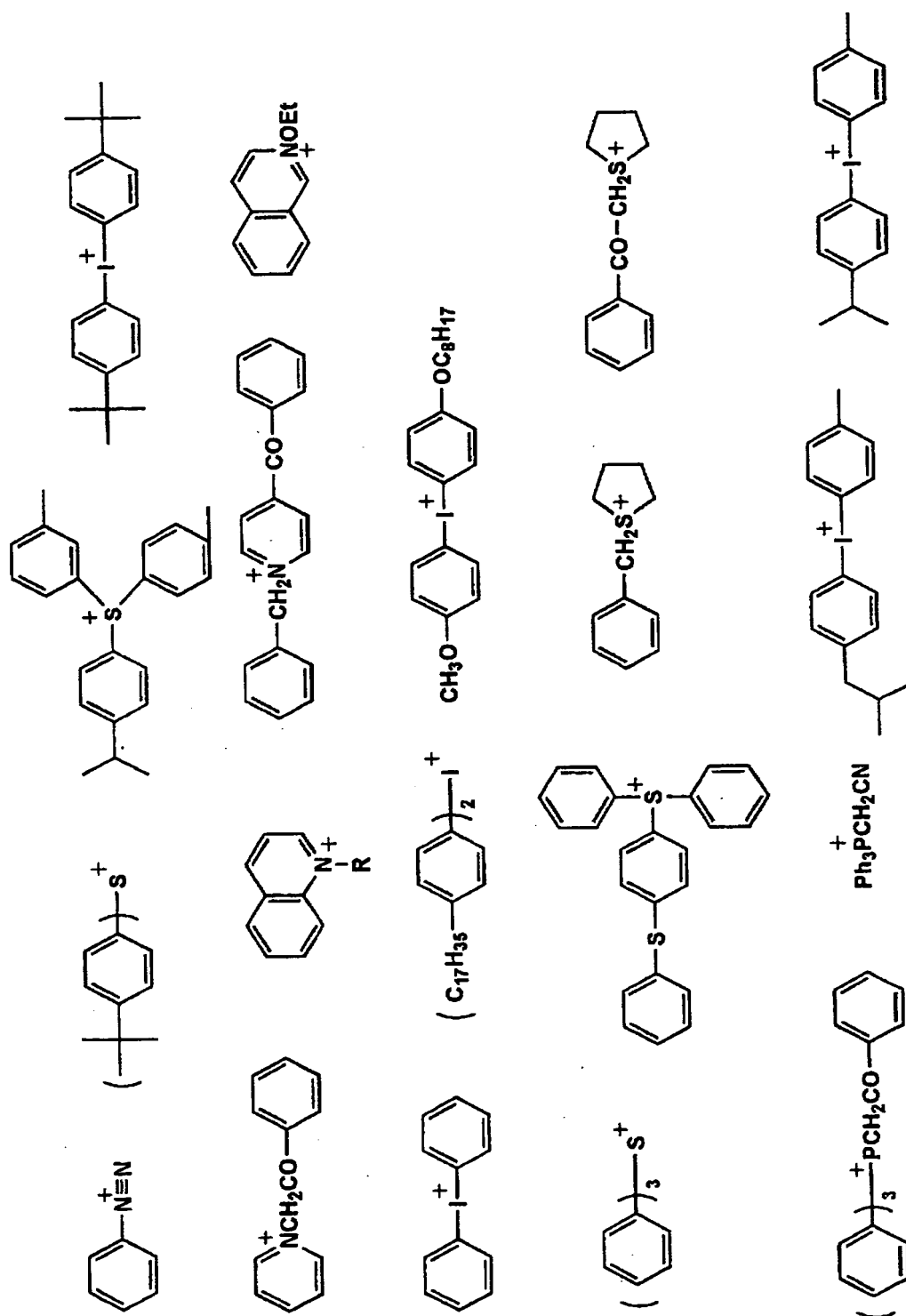
カチオン重合型インクで用いる光酸発生剤としては、例えば、化学増幅型フォトレジストや光カチオン重合に利用される化合物が用いられる（有機エレクトロニクス材料研究会編、「イメージング用有機材料」、ぶんしん出版（1993年）、187～192ページ参照）。本発明に好適な化合物の例を以下に挙げる。

## 【0093】

第1に、ジアゾニウム、アンモニウム、ヨードニウム、スルホニウム、ホスホニウムなどの芳香族オニウム化合物の $B(C_6F_5)_4^-$ 、 $PF_6^-$ 、 $AsF_6^-$ 、 $SbF_6^-$ 、 $CF_3SO_3^-$ 塩を挙げることができる。対アニオンとしてボレート化合物をもつものが酸発生能力が高く好ましい。オニウム化合物の具体的な例を以下に示す。

## 【0094】

【化 17】

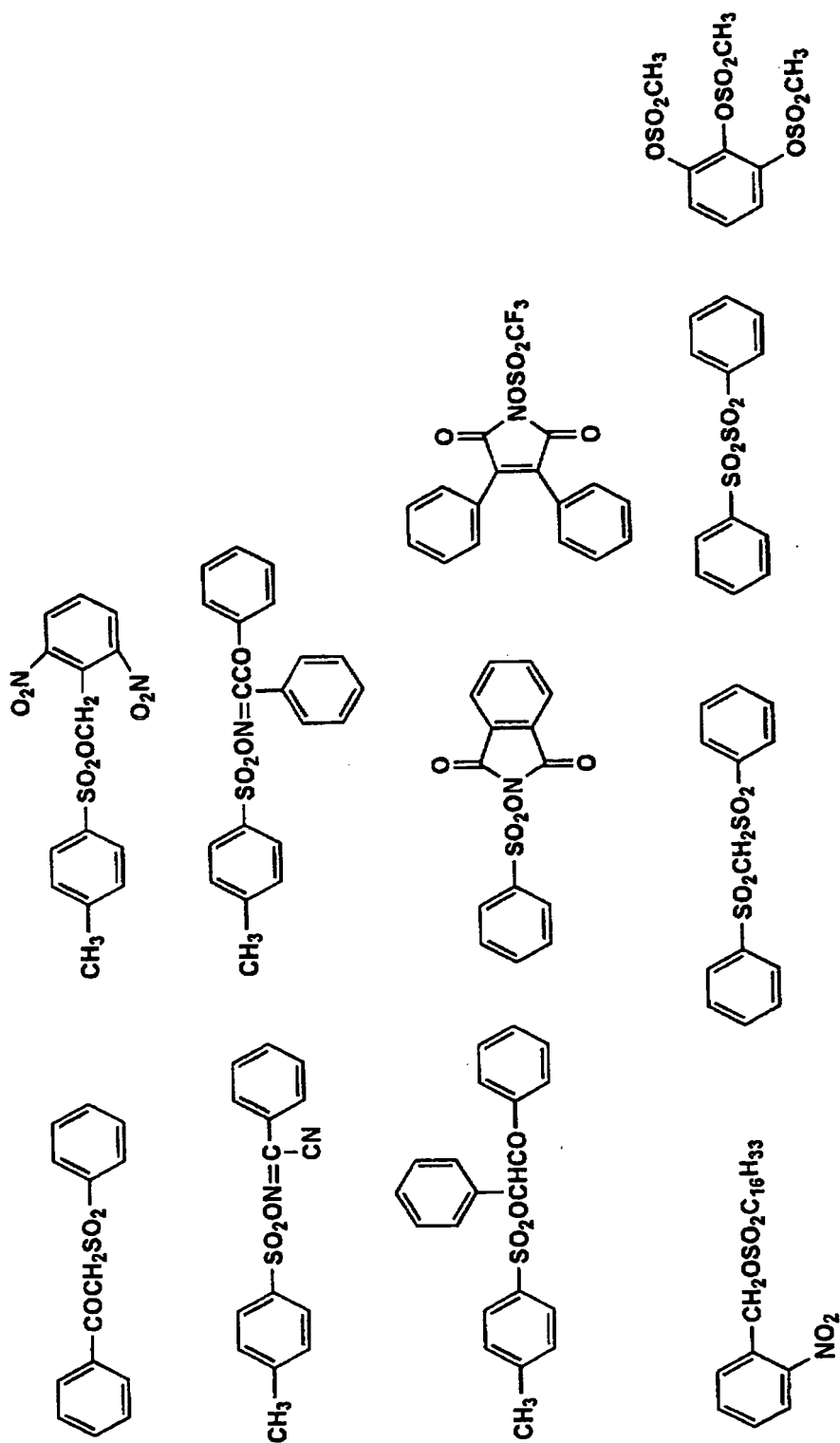


【0095】

第 2 に、スルホン酸を発生するスルホン化物を挙げることができる。具体的な化合物を以下に例示する。

【 0 0 9 6 】

【化 18】

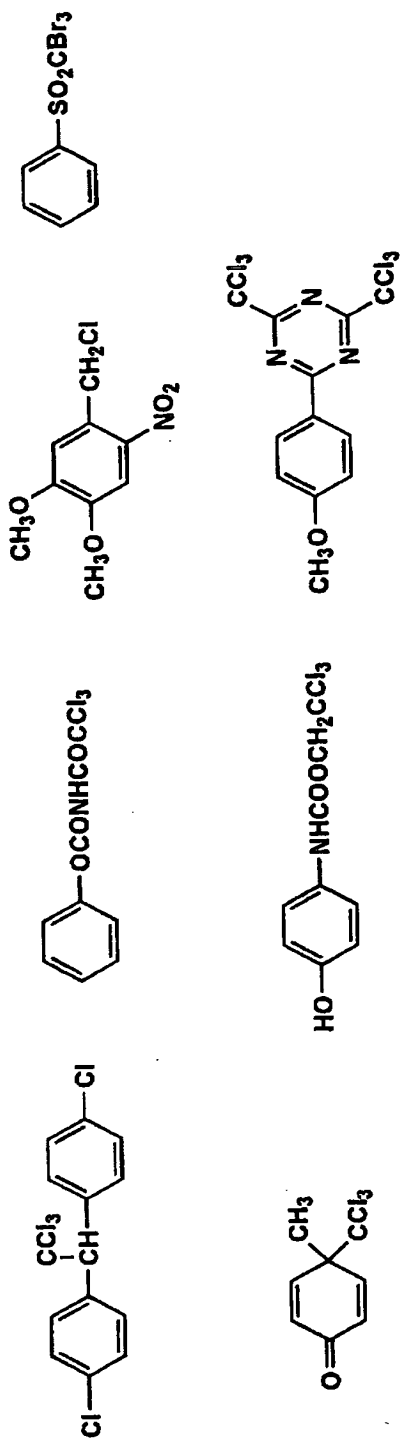


【0097】

第 3 に、ハロゲン化水素を発生するハロゲン化物も用いることができる。以下に具体的な化合物を例示する。

【 0 0 9 8 】

【化 1 9】

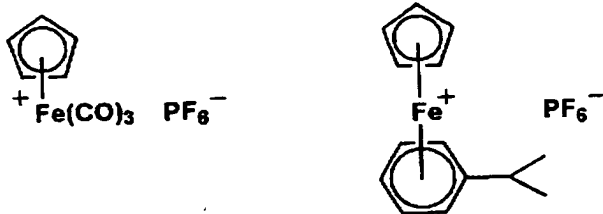


【 0 0 9 9 】

第4に、鉄アレン錯体を挙げることができる。

【0100】

【化20】



【0101】

本発明のインクジェットインクには、上記説明した構成要素の他に、各種の添加剤を用いることができる。

【0102】

本発明のインクジェットインクで用いる色材としては、重合性化合物の主成分に溶解または分散できる色材が使用出来るが、耐候性の点から顔料が好ましい。

【0103】

本発明で好ましく用いることのできる顔料を、以下に列挙する。

C. I. Pigment Yellow-1、3、12、13、14、17、  
81、83、87、95、109、42、

C. I. Pigment Orange-16、36、38、

C. I. Pigment Red-5、22、38、48:1、48:2、4  
8:4、49:1、53:1、57:1、63:1、144、146、185、  
101、

C. I. Pigment Violet-19、23、

C. I. Pigment Blue-15:1、15:3、15:4、18、  
60、27、29、

C. I. Pigment Green-7、36、

C. I. Pigment White-6、18、21、

C. I. Pigment Black-7、

上記顔料の分散には、例えば、ボールミル、サンドミル、アトライター、ロー  
ルミル、アジテータ、ヘンシェルミキサ、コロイドミル、超音波ホモジナイザー  
、パールミル、湿式ジェットミル、ペイントシェーカー等を用いることができる  
。また、顔料の分散を行う際に分散剤を添加することも可能である。分散剤とし  
ては、高分子分散剤を用いることが好ましく、高分子分散剤としてはA v e c i  
a社のS o l s p e r s eシリーズが挙げられる。また、分散助剤として、各種  
顔料に応じたシナージストを用いることも可能である。これらの分散剤および分  
散助剤は、顔料100質量部に対し、1～50質量部添加することが好ましい。  
分散媒体は、溶剤または重合性化合物を用いて行うが、本発明に用いる活性光線  
硬化型インクでは、インク着弾直後に反応・硬化させるため、無溶剤であること  
が好ましい。溶剤が硬化画像に残ってしまうと、耐溶剤性の劣化、残留する溶剤  
のVOCの問題が生じる。よって、分散媒体は溶剤ではなく重合性化合物、その  
中でも最も粘度の低いモノマーを選択することが分散適性上好ましい。

## 【0104】

顔料の分散は、顔料粒子の平均粒径を0.08～0.5 $\mu$ mとすることが好ま  
しく、最大粒径は0.3～10 $\mu$ m、好ましくは0.3～3 $\mu$ mとなるよう、顔  
料、分散剤、分散媒体の選定、分散条件、ろ過条件を適宜設定する。この粒径管  
理によって、ヘッドノズルの詰まりを抑制し、インクの保存安定性、インク透明  
性および硬化の感度を維持することができる。

## 【0105】

本発明のインクジェットインクにおいては、色材濃度として、インク全体の1  
質量%乃至10質量%であることが好ましい。

## 【0106】

本発明においては、吐出安定性、保存性を向上させる目的で、熱塩基発生剤も  
用いることができる。

## 【0107】

熱塩基発生剤としては、例えば、加熱により脱炭酸して分解する有機酸と塩基  
の塩、分子内求核置換反応、ロッセン転位、ベックマン転位等の反応により分解  
してアミン類を放出する化合物や、加熱により何らかの反応を起こして塩基を放



出するものが好ましく用いられる。具体的には、英国特許第 9 9 8, 9 4 9 号記載のトリクロロ酢酸の塩、米国特許第 4, 0 6 0, 4 2 0 号に記載のアルファースルホニル酢酸の塩、特開昭 5 9 - 1 5 7 6 3 7 号に記載のプロピール酸類の塩、2-カルボキシカルボキサミド誘導体、特開昭 5 9 - 1 6 8 4 4 0 号に記載の塩基成分に有機塩基の他にアルカリ金属、アルカリ土類金属を用いた熱分解性酸との塩、特開昭 5 9 - 1 8 0 5 3 7 号に記載のロッセン転位を利用したヒドロキサムカルバメート類、加熱によりニトリルを生成する特開昭 5 9 - 1 9 5 2 3 7 号に記載のアルドキシムカルバメート類等が挙げられる。その他、英国特許第 9 9 8, 9 4 5 号、米国特許第 3, 2 2 0, 8 4 6 号、英国特許第 2 7 9, 4 8 0 号、特開昭 5 0 - 2 2 6 2 5 号、同 6 1 - 3 2 8 4 4 号、同 6 1 - 5 1 1 3 9 号、同 6 1 - 5 2 6 3 8 号、同 6 1 - 5 1 1 4 0 号、同 6 1 - 5 3 6 3 4 号～同 6 1 - 5 3 6 4 0 号、同 6 1 - 5 5 6 4 4 号、同 6 1 - 5 5 6 4 5 号等に記載の熱塩基発生剤が有用である。更に具体的に例を挙げると、トリクロロ酢酸グアニジン、トリクロロ酢酸メチルグアニジン、トリクロロ酢酸カリウム、フェニルスルホニル酢酸グアニジン、p-クロロフェニルスルホニル酢酸グアニジン、p-メタンスルホニルフェニルスルホニル酢酸グアニジン、フェニルプロピオール酸カリウム、フェニルプロピオール酸グアニジン、フェニルプロピオール酸セシウム、p-クロロフェニルプロピオール酸グアニジン、p-フェニレンビス-フェニルプロピオール酸グアニジン、フェニルスルホニル酢酸テトラメチルアンモニウム、フェニルプロピオール酸テトラメチルアンモニウムがある。上記の熱塩基発生剤は広い範囲で用いることができる。

## 【 0 1 0 8 】

本発明のインクは、特開平 8 - 2 4 8 5 6 1 号、同 9 - 3 4 1 0 6 号をはじめとし、既に公知となっている活性光線の照射で発生した酸により新たに酸を発生する酸増殖剤を含有することも可能である。

## 【 0 1 0 9 】

本発明においては、インクの 2 5℃における表面張力が、2 5～4 0 mN/m の範囲にあることが好ましい。2 5℃におけるインクの表面張力が 2 5 mN/m 未満では、安定した出射が得られにくく、また 4 0 mN/m を越えると所望のド

ット径を得ることができない。25～40 mN/mの範囲外では、本発明のように、インクの粘度や含水率を制御しながら出射、光照射しても、様々な支持体に対して均一なドット径を得ることが困難となる。

#### 【0110】

表面張力を調整するために、必要に応じて、界面活性剤を含有させてもよい。本発明に係るインクに好ましく使用される界面活性剤としては、例えば、ジアルキルスルホコハク酸塩類、アルキルナフタレンスルホン酸塩類、脂肪酸塩類等のアニオン性界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル類、アセチレングリコール類、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンブロックコポリマー類等のノニオン性界面活性剤、アルキルアミン塩類、第4級アンモニウム塩類等のカチオン性界面活性剤、重合性基を有する界面活性化合物などが挙げられる。これらの中で特に、シリコーン変性アクリレート、フッ素変性アクリレート、シリコーン変性エポキシ、フッ素変性エポキシ、シリコーン変性オキセタン、フッ素変性オキセタンなど、不飽和結合やオキシラン、オキセタン環など重合性基を有する界面活性化合物が好ましい。

#### 【0111】

本発明のインクには、上記説明した以外に様々な添加剤を用いることができる。例えば、レベリング添加剤、マット剤、膜物性を調整するためのポリエステル系樹脂、ポリウレタン系樹脂、ビニル系樹脂、アクリル系樹脂、ゴム系樹脂、ワックス類を添加することが出来る。記録媒体との密着性を改善するため、極微量の有機溶剤を添加することも有効である。この場合、耐溶剤性やVOCの問題が起らない範囲での添加が有効であり、その使用量は0.1～5%の範囲であり、好ましくは0.1～3%である。また、ラジカル重合性モノマーと開始剤を組み合わせ、ラジカル・カチオンのハイブリッド型硬化インクとすることも可能である。

#### 【0112】

本発明の画像形成方法においては、インク組成物をインクジェット記録方式により記録材料上に吐出、描画し、次いで紫外線などの活性光線を照射してインク

を硬化させる。

【0113】

本発明の画像形成方法においては、インク出射時にはインクをインクジェットノズルごと加温し、インク液を低粘度させることが好ましい。加熱温度としては、30～80℃、好ましくは35～60℃である。

【0114】

本発明において、インクが着弾し、活性光線を照射して硬化した後の総インク膜厚が2～20  $\mu\text{m}$ であることが好ましい。スクリーン印刷分野の活性光線硬化型インクジェット記録では、総インク膜厚が20  $\mu\text{m}$ を越えているのが現状であるが、記録材料が薄いプラスチック材料であることが多い軟包装印刷分野では、前述した記録材料のカール・しわの問題でだけでなく、印刷物全体のこし・質感が変わってしまうという問題が有るため使えない。また、本発明では、各ノズルより吐出する液滴量が2～15 p lであることが好ましい。

【0115】

本発明においては、高精細な画像を形成するためには、照射タイミングができるだけ早い方が好ましいが、本発明においては、インクの粘度または含水率が好ましい状態となるタイミングで光照射を開始することが好ましい。

【0116】

詳しくは、発生光線の照射条件として、インク着弾後0.001～2.0秒の間に活性光線照射を開始することが好ましく、より好ましくは0.001～0.4秒である。また、0.1～3秒後、好ましくは0.2～1秒以内に、インクの流動性が失われる程度まで光照射を行なった後、終了させることが好ましい。上記条件とすることにより、ドット径の拡大やドット間の滲みを防止することができる。

【0117】

活性光線の照射方法として、その基本的な方法が特開昭60-132767号に開示されている。これによると、記録ヘッドユニットの両側に光源を設け、シャトル方式で記録ヘッドと光源を走査する。照射は、インク着弾後、一定時間を置いて行われることになる。更に、駆動を伴わない別光源によって硬化を完了さ

せる。米国特許第 6, 1 4 5, 9 7 9 号では、照射方法として、光ファイバーを用いた方法や、コリメートされた光源を記録ヘッドユニット側面に設けた鏡面に当て、記録部へ UV 光を照射する方法が開示されている。本発明の画像形成方法においては、これらのいずれの照射方法も用いることができる。

## 【 0 1 1 8 】

また、活性光線を照射を 2 段階に分け、まずインク着弾後 0. 0 0 1 ~ 2. 0 秒の間に前述の方法で活性光線を照射し、かつ、全印字終了後、更に活性光線を照射する方法も好ましい態様の 1 つである。活性光線の照射を 2 段階に分けることで、よりインク硬化の際に起こる記録材料の収縮を抑えることが可能となる。

## 【 0 1 1 9 】

活性光線照射で用いる光源の例としては、高圧水銀ランプ、メタルハライドランプ、無電極 UV ランプ、低圧水銀ランプ、UV レーザー、キセノンフラッシュランプ、捕虫灯、ブラックライト、殺菌灯、冷陰極管、LED をなどがあるが、これらに限定されないが、この中でも蛍光管が低エネルギー・低コストであり、好ましい。光源波長としては 2 5 0 ~ 3 7 0 n m、好ましくは 2 7 0 ~ 3 2 0 n m に発光波長のピークがある光源が、感度の点で好ましい。照度は、1 ~ 3 0 0 0 m W / c m<sup>2</sup>、好ましくは 1 ~ 2 0 0 m W / c m<sup>2</sup>である。

## 【 0 1 2 0 】

本発明で用いることのできる基材としては、通常の非コート紙、コート紙などの他に、非吸収性支持体を用いることができるが、その中でも、基材として非吸収性支持体を用いることが好ましい。

## 【 0 1 2 1 】

本発明においては、非吸収性支持体としては、各種非吸収性のプラスチックおよびそのフィルムを用いることができ、各種プラスチックフィルムとしては、例えば、PET フィルム、OPS フィルム、OPP フィルム、ONY フィルム、PVC フィルム、PE フィルム、TAC フィルムを挙げることができる。その他のプラスチックとしては、ポリカーボネート、アクリル樹脂、ABS、ポリアセタール、PVA、ゴム類などが使用できる。また、金属類や、ガラス類にも適用可能である。これらの記録材料の中でも、特に熱でシュリンク可能な、PET フィ

ルム、OPSフィルム、OPPフィルム、ONyフィルム、PVCフィルムへ画像を形成する場合に本発明の構成は、有効となる。これらの基材は、インクの硬化収縮、硬化反応時の発熱などにより、フィルムのカール、変形が生じやすいばかりでなく、インク膜が基材の収縮に追従し難い。

【0122】

これら、各種プラスチックフィルムの表面エネルギーは大きく異なり、記録材料によってインク着弾後のドット径が変わってしまうことが、従来から問題となっていた。本発明の構成では、表面エネルギーの低いOPPフィルム、OPSフィルムや表面エネルギーの比較的大きいPETまでを含むが、基材として、濡れ指数が40～60 mN/mであることが好ましい。

【0123】

本発明において、包装の費用や生産コスト等の記録材料のコスト、プリントの作成効率、各種のサイズのプリントに対応できる等の点で、長尺（ウェブ）な記録材料を使用する方が有利である。

【0124】

【実施例】

以下、本発明を実施例を挙げて具体的に説明するが、本発明の実施態様はこれらに限定されるものではない。

【0125】

《インクジェットインクの調製》

（マゼンタインク1の調製）

下記の組成からなるマゼンタインク1を調製した。マゼンタインク1は、光酸発生剤を除く各組成物を、サンドグラインダーを用いて4時間分散した後、光酸発生剤を添加し、0.8 μmのメンブランフィルターで濾過を行った後、50℃に加熱しながら減圧脱水を行って調製した。

【0126】

C. I. ピグメントレッド184	3 質量部
オキセタン化合物（例示化合物9）	100 質量部
ソルスパス24000（Avecia社製）	1 質量部

UVI-6990 (ダウケミカル製、光酸発生剤) 5 質量部  
(マゼンタインク 2 の調製)

上記マゼンタインク 1 の調製において、組成物を以下のように変更した以外は同様に、マゼンタインク 2 を調製した。

【0127】

C. I. ピグメントレッド 184 3 質量部  
オキセタン化合物 (例示化合物 9) 30 質量部  
アロンオキセタン OXT-221 (東亜合成) 30 質量部  
アロンオキセタン OXT-211 (東亜合成) 20 質量部  
セロキサイド 2021P (ダイセル UCB) 20 質量部  
ソルスパース 24000 (Avecia 社製) 1 質量部  
UVI-6990 (ダウケミカル製、光酸発生剤) 5 質量部  
(マゼンタインク 3 の調製)

上記マゼンタインク 1 の調製において、組成物を以下のように変更した以外は同様に、マゼンタインク 3 を調製した。

【0128】

C. I. ピグメントレッド 184 3 質量部  
オキセタン化合物 (例示化合物 9) 50 質量部  
アロンオキセタン OXT-221 (東亜合成) 50 質量部  
ソルスパース 24000 (Avecia 社製) 1 質量部  
UVI-6990 (ダウケミカル製、光酸発生剤) 5 質量部  
(マゼンタインク 4 の調製)

上記マゼンタインク 1 の調製において、組成物を以下のように変更した以外は同様に、マゼンタインク 4 を調製した。

【0129】

C. I. ピグメントレッド 184 3 質量部  
オキセタン化合物 A 50 質量部  
アロンオキセタン OXT-221 (東亜合成) 50 質量部  
ソルスパース 24000 (Avecia 社製) 1 質量部

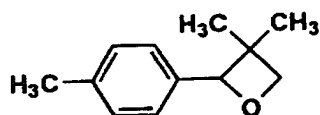
UVI-6990 (ダウケミカル製、光酸発生剤)

5 質量部

【0130】

【化21】

オキセタン化合物A



【0131】

《インクジェット画像記録及び評価》

上記調製した各マゼンタインクを用いて、下記の方法に従って画像記録及び得られた画像の評価を行った。

【0132】

〔画像評価A〕

(画像記録)

得られた各マゼンタインクを、液滴サイズ7 p l が得られるピエゾタイプのインクジェットノズル（ノズルピッチ360 d p i、本発明でいうd p iとは2.54 c m当たりのドット数を表す）を、ノズル部分を50℃に加熱制御し、コロナ処理を施したポリエチレンテレフタレートフィルムを基材として用いて出射し、マゼンタベタ画像と6ポイントMS明朝体文字を印字した。光源は、308 n mに主ピークを持つ蛍光管を用い、光源直下、基材面の照度が10 m W / c m<sup>2</sup>の条件で、着弾後0.2秒後に露光を開始し、0.7秒後に露光を終了させた。なお、露光エネルギーは5 m J / c m<sup>2</sup>であった。この画像印字を低温環境（25℃、20% R H）及び高温環境（25℃、80% R H）にて行った。

【0133】

(画像の評価)

以上のようにして得られた各画像について、下記の評価を行った。

【0134】

〈インク硬化性の評価〉

各環境下で形成した印字画像について、下記の基準に則りインク硬化性の評価を行った。

【 0 1 3 5 】

○：露光終了直後に触っても画像はタッキネスがない

△：露光終了直後に触ると画像はタッキネスが若干あるが、1分後にはタッキネスが無くなる

×：露光終了1分後でもタッキネスが残る

〈基材接着性の評価〉

各環境下で形成したベタ画像上に、幅25mmのセロテープ（R）を貼り付けて強く圧着した後、90度の剥離角度で素早く剥離し、隔離後の画像の状態を目視観察し、下記の基準に則り基材接着性の評価を行った。

【 0 1 3 6 】

○：テープ剥離でも画像は剥がれない

△：テープ剥離で画像が一部剥がれる

×：テープ剥離で画像が全て剥がれる

〈画像滲み耐性の評価〉

各環境下で形成した6ポイントMS明朝体文字をルーペで観察し、隣り合うドットの状態を観察し、下記の基準に則り画像滲み耐性の評価を行った。

【 0 1 3 7 】

○：2ドット間の滲みが殆どない

△：2ドット間の滲みが僅かに見られる

×：ドットが大きく滲む

以上により得られた結果を表1に示す。

【 0 1 3 8 】



【表 1】

インク 番号	印字環境 (%RH)	各評価結果			備考
		インク硬化性	基材密着性	画像滲み耐性	
1	20	△	○	○	本発明
1	80	△	○	○	本発明
2	20	○	○	○	本発明
2	80	○	○	○	本発明
3	20	○	○	○	本発明
3	80	○	△	○	本発明
4	20	△	△	△	比較例
4	80	×	×	×	比較例

【0139】

〔画像評価B〕

上記画像評価Aにおいて、インクを印字した後の露光照射開始時間を0.6秒に、また露光照射終了時間を1.1秒後に変更した以外は、同様にして、画像記録及び評価を行い、得られた結果を表2に示す。

【0140】

【表 2】

インク 番号	印字環境 (%RH)	各評価結果			備考
		インク硬化性	基材密着性	画像滲み耐性	
1	20	○	○	△	本発明
1	80	△	△	△	本発明
2	20	○	○	○	本発明
2	80	○	○	△	本発明
3	20	○	○	○	本発明
3	80	○	○	△	本発明
4	20	△	△	×	比較例
4	80	×	×	×	比較例

【0141】

表1、表2より明らかなように、本発明の電子供与性基と電子吸引性基とを分子内に有し、かつ2位が置換されているオキセタン化合物を含有するインクは、

比較例に対し、高温環境下や様々な露光環境でも優れたインク硬化性、基材密着性に優れ、滲みのない高品位の画像を得られることが分かる。更に、本発明の効果は、2位が置換されているオキセタン化合物と共に、2位に置換基のないオキセタン化合物を用いることにより、反応性が向上し、上記効果が飛躍的に良化していることが分かる。

#### 【0142】

#### 【発明の効果】

本発明により、低照度の光源でも環境湿度に影響を受けずにインク硬化性、基材密着性に優れ、滲みのない高品位の画像を得られるオキセタン化合物と、高画質な画像が得られるインクジェットインク及びこのインクジェットインクを用いた画像形成方法を提供することができた。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明の目的は、低照度の光源でも環境湿度に影響を受けずにインク硬化性、基材密着性に優れ、滲みのない高品位の画像を得られるオキセタン化合物と、高画質な画像が得られるインクジェットインク及びこのインクジェットインクを用いた画像形成方法を提供することにある。

【解決手段】 電子供与性基と電子吸引性基とを分子内に有し、かつ2位が置換されていることを特徴とするオキセタン化合物。

【選択図】 なし

特 2002-252356

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-252356
受付番号	50201292393
書類名	特許願
担当官	第二担当上席 0091
作成日	平成14年 9月 2日

### <認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 8月30日
-------	-------------

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001270]

1. 変更年月日	1990年 8月14日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都新宿区西新宿1丁目26番2号
氏 名	コニカ株式会社